

Air dan air limbah – Bagian 63: Cara uji perak (Ag) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – tungku karbon



© BSN 2009

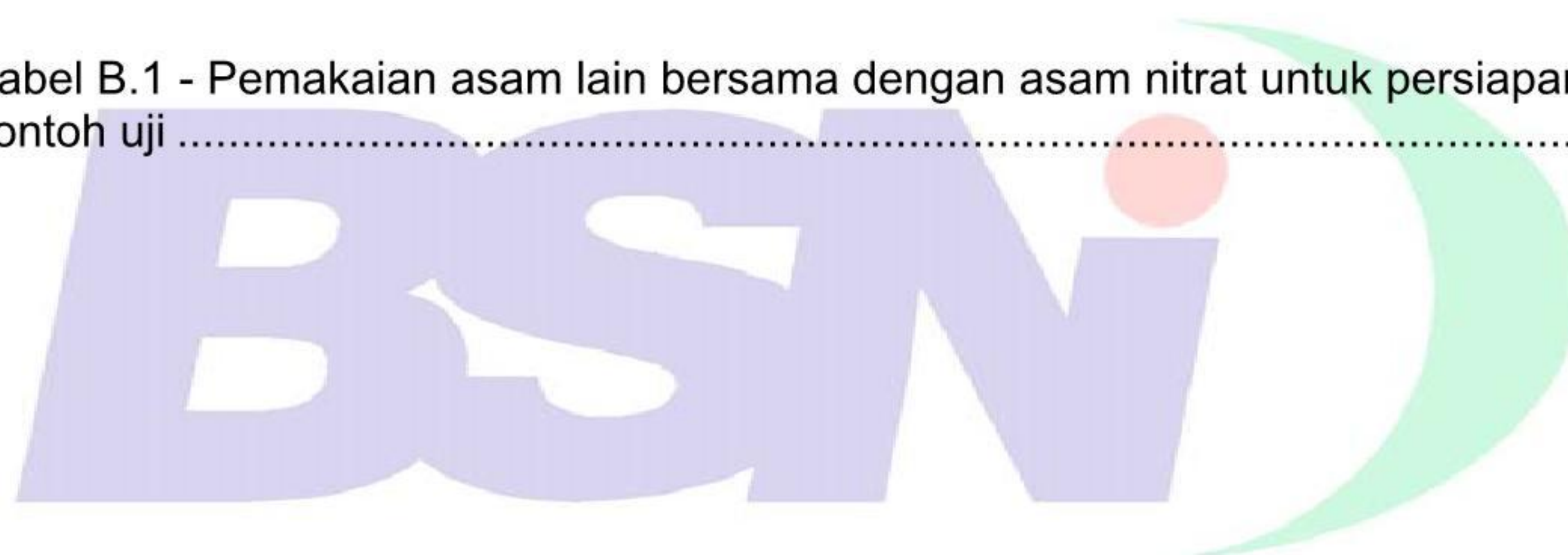
Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar Isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi.....	1
3 Cara uji.....	2
4 Pengendalian mutu.....	5
5 Rekomendasi.....	6
Lampiran A (normatif) Pelaporan.....	7
Lampiran B (normatif) Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji.....	8
Bibliografi	9
Tabel B.1 - Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji	8



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini merupakan hasil revisi dari SNI 06-4162-1996, *Metode pengujian kadar perak dalam air dengan alat spektrofotometer serapan atom secara tungku karbon*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater 21 th Edition*, editor L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC (2005). SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 4 September 2006 di Serpong dan telah melalui konsensus nasional tahap jajak pendapat pada tanggal 24 Juli 2007 sampai dengan 24 September 2007 serta tahap pemungutan suara pada tanggal 23 Desember 2008 sampai dengan tanggal 23 Februari 2009, dengan hasil akhir RASNI.

Dengan ditetapkannya SNI 6989.63:2009 ini, maka penerapan SNI 06-4162-1996, dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



Air dan air limbah – Bagian 63: Cara uji perak (Ag) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – tungku karbon

1 Ruang lingkup

Metode pengujian ini digunakan untuk menentukan logam perak (Ag) terlarut dan total dalam air dan air limbah secara spektrofotometri serapan atom (SSA)-tungku karbon dengan kisaran 1 µg/L sampai dengan 25 µg/L pada panjang gelombang 328,1 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1

air bebas mineral

air yang diperoleh dengan cara penyulingan atau proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 1,0 µS/cm.

2.2

blind sample

larutan dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji.

2.3

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus.

2.4

larutan blanko

air bebas mineral yang diperlakukan sama dengan contoh uji.

2.5

larutan induk logam perak (Ag)

larutan yang mempunyai kadar logam perak 100 mg Ag/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang rendah.

2.6

larutan baku logam perak (Ag)

larutan induk logam perak yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu.

2.7

larutan kerja logam perak (Ag)

larutan baku logam perak yang diencerkan dan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi.

2.8

larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk mencuci semua peralatan gelas dan plastik.

2.9

larutan pengencer

larutan yang digunakan sebagai pengencer dalam pembuatan larutan baku.

2.10

matrix modifier

bahan yang digunakan untuk mengurangi gangguan matriks contoh uji.

2.11

perak terlarut

perak dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 μm .

2.12

perak total

perak yang terlarut dan tersuspensi dalam air setelah dilakukan proses pemanasan dengan asam kuat.

2.13

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu.

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Ion perak disuntikkan ke dalam tungku karbon, lalu diatomisasikan dengan energi elektrotermal, dengan melalui tahap pengeringan, pengabuan dan pengatoman. Perak dalam bentuk atom akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda berongga dan besarnya serapan berbanding lurus dengan konsentrasi.

3.2 Bahan

- Air bebas mineral;
- Perak nitrat (AgNO_3) p.a;
- Asam nitrat (HNO_3) p.a;
- Larutan asam nitrat 0,05 M;
Larutkan 1,5 mL HNO_3 pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral.
- Larutan *matrix modifier* paladium (Pd) 4000 mg/L;
Timbang 8,89 g $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL, kemudian larutkan dengan air bebas mineral hingga tanda tera dan homogenkan.
- Saringan membran dengan ukuran pori 0,45 μm ;
- Larutan pencuci HNO_3 0,05 M; dan
Tambahkan 50 mL asam nitrat pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral dalam gelas piala 1000 mL. Lalu tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan.
- Larutan pengencer HNO_3 5 % (v/v).
Larutkan 1,5 mL HNO_3 pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala.

3.3 Peralatan

- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-tungku karbon;
- Lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp/HCL*) perak;
- Graphite tube* atau *pyrolytic tube*;
- Mikropipet atau *auto sampler*;
- Labu ukur 100,0 mL; 500,0 mL dan 1000,0 mL;
- Erlenmeyer* 100 mL;
- Gelas piala 500 mL;
- Pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 20,0 mL dan 50,0 mL;
- Kaca arloji;

- j) Gelas ukur 100 mL;
- k) Pemanas listrik;
- l) Seperangkat alat saring vakum;
- m) Labu semprot;
- n) Timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g; dan
- o) Botol *polyethylene*.

CATATAN Cuci semua peralatan gelas dan plastik dengan larutan pencuci.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol plastik (<i>polyethylene</i>)
Pengawet	:	a) Untuk logam terlarut, saring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diasamkan dengan HNO_3 hingga pH lebih kecil dari 2. b) Untuk logam total, asamkan dengan HNO_3 hingga pH lebih kecil dari 2
Lama Penyimpanan	:	6 bulan
Kondisi Penyimpanan	:	Suhu ruang

CATATAN Bila perak terlarut yang akan diuji, maka penambahan asam nitrat dilakukan setelah penyaringan.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji perak terlarut

Siapkan contoh uji yang telah disaring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diawetkan. Contoh uji siap diukur.

3.5.2 Persiapan contoh uji perak total

Siapkan contoh uji untuk pengujian perak total dengan tahapan sebagai berikut:

- a) Homogenkan contoh uji, pipet 50,0 mL ke dalam gelas piala 100 mL atau *Erlenmeyer* 100 mL;
- b) Tambahkan 5 mL HNO_3 pekat, bila menggunakan gelas piala, tutup dengan kaca arloji dan bila dengan *Erlenmeyer* gunakan corong sebagai penutup;

CATATAN Bila matriksnya kompleks, tambahkan asam lain sesuai dengan Lampiran B.

- c) Panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL sampai dengan 20 mL;
- d) Jika destruksi belum sempurna (tidak jernih), maka tambahkan lagi 5 mL HNO_3 pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji atau tutup *Erlenmeyer* dengan corong dan panaskan lagi (tidak mendidih). Lakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih;
- e) Bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
- f) Pindahkan contoh uji masing-masing ke dalam labu ukur 50,0 mL (saring bila perlu) dan tambahkan air bebas mineral dan dihomogenkan;
- g) Contoh uji siap diukur serapannya.

3.5.3 Pembuatan larutan induk logam perak (Ag) 100 mg Ag/L

- Timbang $\pm 0,157$ g perak nitrat (AgNO_3), masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL yang berisi 100 mL air bebas mineral ($0,1575$ g $\text{AgNO}_3 \approx 100$ mg Ag/L);
- Tambahkan 10 mL asam nitrat pekat. Setelah larut sempurna, encerkan dengan air bebas mineral hingga tepat tanda tera;
- Hitung kembali kadar sesungguhnya berdasarkan hasil penimbangan.

CATATAN Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar 1000 mg Ag/L siap pakai.

3.5.4 Pembuatan larutan baku logam perak (Ag) 10 mg Ag/L

- Pipet 10,0 mL larutan induk perak 100 mg Ag/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL;
- Tambahkan larutan pengencer hingga tepat tanda tera, lalu homogenkan.

3.5.5 Pembuatan larutan baku logam perak (Ag) 1000 μg Ag/L

- Pipet 10,0 mL larutan baku perak 10 mg Ag/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL;
- Tambahkan larutan pengencer hingga tepat tanda tera, lalu homogenkan.

3.5.6 Pembuatan larutan kerja logam perak (Ag)

Buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.

CATATAN Jika menggunakan SSA-tungku karbon yang dilengkapi dengan *auto sampler*, maka pembuatan kurva kalibrasi tidak perlu menggunakan deret standar secara manual seperti pada langkah 3.5.6

3.6 Pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran contoh uji

3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi di buat dengan tahapan sebagai berikut:

- Operasikan alat dan optimasikan sesuai petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran perak dan gunakan *background correction*;
- Suntikkan larutan blanko sesuai dengan petunjuk SSA yang digunakan ke dalam SSA-tungku karbon, kemudian catat;
- Suntikkan larutan kerja dan *matrix modifier* sesuai dengan petunjuk SSA yang digunakan ke dalam SSA-tungku karbon, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 328,1 nm, kemudian catat;
- Ulangi langkah 3.6.1.c) untuk larutan kerja berikutnya;
- Buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.c) di atas, dan tentukan persamaan garis lurusnya;
- Jika koefisien korelasi regresi linier (r) lebih kecil dari 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 c) sampai dengan d) hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

3.6.2 pengukuran contoh uji

Uji kadar perak dengan tahapan sebagai berikut:

- Suntikkan contoh uji dan *matrix modifier* sesuai dengan petunjuk SSA yang digunakan ke dalam SSA-tungku karbon, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 328,1 nm;

CATATAN 1 Bila hasil pengukuran untuk perak terlarut diluar kisaran pengukuran, maka lakukan pengenceran dan ulangi langkah 3.5.1

CATATAN 2 Bila hasil pengukuran untuk perak total diluar kisaran pengukuran, maka lakukan pengenceran dan ulangi langkah 3.5.2

b) Catat hasil pengukuran;

3.7 Perhitungan

$$\text{Kadar logam perak (Ag) } (\mu\text{g/L}) = C \times fp \quad (1)$$

Keterangan:

C adalah kadar yang didapat dari hasil pengukuran ($\mu\text{g/L}$);
fp adalah faktor pengenceran.

4 Pengendalian mutu

- Gunakan bahan kimia berkualitas murni (p.a).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
- Gunakan alat ukur dan alat gelas yang terkalibrasi.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Perhitungan koefisien korelasi regresi linier (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersep lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference/RPD*) lebih besar dari 5 %, maka dilakukan pengukuran ketiga.

Persen RPD

$$\% \text{RPD} = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran}) / 2} \right| \times 100 \% \quad (2)$$

- Lakukan kontrol akurasi dengan *spike matrix* atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per *batch* atau minimal 1 kali untuk 1 *batch*. Kisaran persen temu balik untuk *spike matrix* adalah 85 % sampai dengan 115 % dan untuk standar kerja 90 % sampai dengan 110 %.

Persen temu balik (% *recovery*, % R)

$$\% R = \left(\frac{A - B}{C} \right) \times 100 \% \quad (3)$$

Keterangan:

A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (*spike*)(mg/L);
B adalah kadar contoh uji(mg/L);
C adalah kadar standar yang ditambahkan(*target value*) (mg/L).

CATATAN 1 Volume *spike matrix* yang ditambahkan maksimum 5% dari volume contoh uji.

CATATAN 2 Hasil akhir kadar contoh uji yang diperkaya (*spike matrix*) berkisar 2 kali kadar contoh uji. Kadar contoh uji yang sudah di-*spike* berada pada kisaran rentang pengukuran.

5 Rekomendasi

- a) Lakukan analisis *blind sample*.
- b) Buat *control chart* untuk akurasi dan presisi analisis.



Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- a) Tanggal penerimaan contoh uji.
- b) Nomor contoh uji.
- c) Parameter yang dianalisis.
- d) Nama analis.
- e) Tanggal analisis.
- f) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo, dan seterusnya.
- g) Rekaman kurva kalibrasi.
- h) Batas deteksi.
- i) Rekaman hasil perhitungan.
- j) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau standar kerja dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
- k) Kadar analit dalam contoh uji.



Lampiran B
(informatif)

Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji

**Tabel B.1 - Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat
untuk persiapan contoh uji**

Asam	Disarankan untuk	Bisa berguna untuk	Tidak disarankan untuk
HCl	Ag	Sb, Ru, Sn	Th, Pb
H ₂ SO ₄	Ti	-	Ag, Pb, Ba
HClO ₄	-	Bahan organik	-
HF	-	Bahan yang mengandung silika	-
Sumber: <i>Standard Methods, Examination of water and waste water</i> 21 st . edition, 2005 Method 3030.			



Bibliografi

Standard Methods, Examination of water and waste water 21st. edition, 2005, Method 3113.









BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id